

Replace
by Art. 34
Amendment

SPRTS

U 91 380 739
510 Rec'd PTO 13 SEP 1999

Compact Which Disintegrates In Liquid

The invention relates to a compact of the type corresponding to the preamble of claim 1.

The provision of dishwasher detergents in the form of compacts of this kind already exists. To facilitate handling and dosing, these compacts are offered in the form of what are known as "tabs" (from "tablets"), having the size and form of chocolate candies and containing an amount of detergent sufficient for one wash in the dishwasher. Although the dishwasher detergent compacts act like small stones as a result of the compaction, they dissolve, without actually disintegrating, in hot flowing water, progressively from the outside to the inside, rapidly and completely, as a consequence of the dissolution of the ingredients in the water. This property of the dishwasher detergent compacts can be traced back to the composition of the dishwasher detergent compacts, which include no significantly different components and, in particular, no insoluble components.

The problem of simple and reliable dosing arises not only with dishwasher detergents but also with other substances, and not only in the household but also in the industrial sector. Examples are, for example, dye compositions for the dyeing of textiles, other chemicals, from which solutions of specific concentrations are to be prepared, and, in particular, detergents for textile laundry, preferably in the domestic and industrial sectors, for example, clothes, bed and table linen, towels and the like. Detergents for these purposes have to date been marketed only in flowable or free-flowing form, i.e., as liquids and predominantly as powders or granules. This form of compounding requires the user to carry out portioning; in other words, it is necessary to place a specified amount of liquid or a specified amount of powder or granules into the washing machine. Serious errors are possible in this context if the user uses too much or too little detergent, whether mistakenly or intentionally. Furthermore, cases of soiling as a result of spills during the metering of the laundry detergent occur frequently.

The technique of providing compacts, each of which contains a relatively large amount - for example, an amount sufficient for one wash - of the ingredients, would also be of great significance for laundry detergents, since it would then be possible to limit the metering to a counting procedure, without any need for weighing or volumetric operations. The laundry detergents, however, differ from the dishwasher detergents in that they are required to disperse much more rapidly in the washing liquid and are not intended to release their ingredients gradually. In addition, the laundry detergents include components, which do not dissolve in water. As a consequence of the differences in the structure of the ingredients, portioning of laundry detergents in a manner comparable to that to date for the dishwasher detergent tabs has not been possible.

Similar problems also exist with a number of other chemical ingredients, which must be dosed before being introduced into a liquid.

In most cases this liquid is water, but the invention is not limited to this feature. Rather it can also be applied to other liquids, for example, alcohol or the like.

The invention is based on the problem of designing a laundry detergent compact of the generic type in such a manner that following introduction into the liquid it rapidly disintegrates and releases the ingredients so that they can be dispersed in the liquid.

This problem is solved by means of the invention disclosed in claim 1.

The compact is designed in such a manner that one compact or a number of compacts comprise(s) the amount of ingredients required for one load. The portioning takes place through the addition of one or more of these compacts, i.e., simply by counting, rather than as hitherto by measuring out a specified quantity of a liquid or free-flowing detergent. The compact must be of such a nature that it withstands handling in transport, storage and metering without fragmenting and without substantial abrasion and yet dissolves with sufficient rapidity in water. For this purpose, the disintegrant is provided in the form of finely particulate cellulose material, which in the case of a medical tablet ensures that on contact with the liquid, especially water, as a result of an increase in volume of the finely particulate particles within the mixture of the ingredients and the disintegrant, cracks occur in the compact, through which the water penetrates rapidly into the interior of the compact and induces its disintegration.

Even if the significance of the invention extends beyond the laundry detergent sector, laundry detergents still constitute an important example of the possible application.

The production of laundry detergent compacts is not simple. To date it has not been possible to compound laundry detergent powders into a fairly stable compact, which, nevertheless, dissolves sufficiently rapidly. With sufficiently high pressure it is possible to produce a solid compact, which, however, does not disintegrate in water in the periods of time under consideration in order to release the ingredients.

In this respect the particular configuration of the disintegrant, present in the compact, in the form of a cellulose-containing material is, therefore, of particular significance. In the case of laundry detergents it would be possible to produce usable compacts that disintegrate water in the periods of time under consideration.

A very important improvement of the invention consists of the fact that the finely particulate cellulose material is compacted prior to its admixture to the ingredients, thus for example to the pulverulent laundry detergent.

The expression "compacting" in this case is intended to denote the exertion of a pressure on the cellulose-containing material that compresses the volume of the cellulose-containing material without destroying the fibers. In the case of compacting, therefore, the particles should have been deformed, in contrast to aggregation, where there is only accumulation of the particles without any substantial change in their form. Compacting in this sense is to be carried out prior to the admixture of the disintegrant so produced to the ingredients. When the compact makes contact with water or the other liquid, the cellulose-containing material springs back from its compacted state into a state with an open, relaxed volume. The question of whether this process is based on capillary or other forces can be disregarded. In any case the increase in volume is substantially higher than that which comes about in the case of simple swelling of the cellulose-containing material.

Just as important is the provision of the cellulose-containing material in granule form (claim 4).

During or after compacting, therefore, granules are produced from the very finely divided - for example, ground - starting material, said granules constituting relatively large aggregates of a large

number of initial particles. These relatively large aggregates, i.e. the granules, are admixed to the ingredients and the mixture is compacted to form the compacts.

The purpose of these measures is to cause the individual ultrafine initial particles of the cellulose-containing material to undergo, in contact with the liquid, the same relative increase in volume as a relatively large aggregate, but with the absolute increase in volume of an ultrafine initial particle being too low to bring about local expansion enough to cause cracking in the material of the compact. The individual amounts add up in the granules to result in a macroscopic local expansion with a sufficient exploding effect.

The "cellulose-containing materials", which are to be used as disintegrants according to the invention, ought to be those in which the cellulose is still present in a form that is at a minimum predominantly chemically unchanged.

It is known (see "Römpp-Chemie-Lexikon", 9th edition (1955), page 4990, key word "Waschmittel" [laundry detergent]) to add so-called anti-graying agents to the laundry detergents, i.e. soil carriers that prevent that the dirt, detached from the fibers of the laundry, from being drawn again from the wash liquor onto the fibers and forming a grey coating on these fibres. For this purpose cellulose derivatives are used, in particular carboxymethyl cellulose. In this case, however, it is a chemically altered cellulose that is not able to exert the function of a disintegrant.

To achieve in the case of the laundry detergents the necessary rapid dissolution after said detergents have been sufficiently compacted into a compact of sufficient strength, it needs not only an especially effective disintegrant but also one that is chemically as inconspicuous as possible on the laundry during the washing operation and also later after the washing operation. Both requirements are guaranteed with the use of the cellulose-containing material, especially in the compacted form, as a disintegrant. The cellulose-containing material is virtually inert in the washing solutions and is hardly evident on the laundry.

Laundry detergents, whose starting material exhibits a particle size ranging from 40 - 60 μ m, have proven to be expedient, after compacting said starting material being present in relatively large particles (claim 5). Ultrafine cellulose-containing starting materials of this degree of fineness can be produced at a comminution expense that is still acceptable, and they are virtually absent from the laundry.

An important dimension is the density of the compacted cellulose-containing material according to claim 6, because it presents a measure of the appropriate compression of the material at which the right compromise is present between the strength adequate for handleability of the compact and its sufficient propensity to disintegrate.

According to claim 7, the compacted particles of the cellulose-containing material, i.e., the granules, can have a particle size ranging from 0.2 to 6.0 mm, in particular from 0.3 to 1.5 mm (claim 8), the most expedient particle size depending inter alia on the size of the compact and indirectly on the nature of the ingredients of the compact, insofar as, for example, different laundry detergents have different compositions with different pressing and disintegration properties.

According to claim 9, the weight fraction of the compacted cellulose-containing material in the finished compact can range from 3 to 6 percent.

It may also be advisable for the compact to comprise additionally a fraction of finely divided noncompacted cellulose-containing material (claim 10).

Although this fraction does not act as a disintegrant, it may, however, develop a kind of wicking action in the pressed mixture and may be useful for the more rapid penetrative progress of the water into the interior of the compact.

The weight fraction of the noncompacted cellulose-containing material in the finished compact can range from 1 to 3 percent (claim 11).

The compacted cellulose-containing material present in the compact can have a coating comprising a swelling agent and/or thickener (claim 12).

Substances of this kind are known per se as tablet disintegrants in the pharmaceutical field (see "Römpp-Chemie-Lexikon" 9th edition (1995), page 4440, key word "Tablettensprengmittel" [*Tablet disintegrants*]).

Furthermore, it may be advisable for the cellulose-containing material present in the compact to have a coating comprising a surfactant (claim 13), which can make up a weight fraction ranging

from 0.5 to 5.0 percent of the finished compact (claim 14) and which is present in the compact in addition to the surfactant already present in the pulverulent laundry detergent. The surfactant is intended to promote the distribution of the liquid along the surface of the particles of the cellulose-containing material.

The dispersion properties of the cellulose-containing material can be increased if it is at least partially fibrillated, i.e., is comminuted down to the level of bundles, each comprising a few cellulose fibers lying parallel to one another (claim 15).

In order to achieve sufficient dispersibility, i.e., instant disintegration of the compact following introduction into the liquid, it is advisable to press it from a mixture of the pulverulent or granular ingredients with the finely divided cellulose-containing material in dry or earth-moist form.

The compacts should, therefore, cohere only through the pressing which has taken place, and not by way of liquid components, which subsequently harden and which would retard the disintegration of the detergent compact in the liquid or in the water.

In the course of the development work two kinds of cellulose-containing material were found particularly suitable, namely TMP (= thermo-mechanical pulp) (claim 17) and CTMP (= chemo-thermo-mechanical pulp) (claim 18).

These are two kinds of so-called lignin. In the case of the TMP process, wood chips are defibered under vapor pressure at about 130°C in pressure refiners to form TMP. When chemicals are used in the initial steaming of the wood chips, the result is CTMP (see "Römp- Chemie-Lexikon" 9th edition (1995), page 3207, key word "Papier" [*Paper*]).

In the case of the woodpulp TMP and CTMP, although a certain leaching of the material has taken place, the lignins, resins and other secondary wood constituents have not been removed completely, in particular not as completely as in the case of cellulose production. Therefore, these woodpulp constitute cellulose-containing materials that have retained a residuum of the character of wood.

The two aforementioned materials have been found particularly effective as disintegrants for the compacts under discussion, especially in the compacted state. Neither pure wood products, such as wood flour or wood fibers, nor pure cellulose are comparable in their disintegration behavior. In the

case of the "moderately treated" products TMP and CTMP there exists a distinct upper limit of effect.

The relevant dimensions of the compact are characterized by a maximum dimension ranging from about 1 to 10 cm, preferably from 2 to 4 cm.

The invention extends also to a laundry detergent in the compounded form as claimed in claim 20.

The drawing shows an exemplary embodiment of the invention in diagrammatic form.

Figure 1 shows one possible type of compacting of cellulose-containing material.

Figure 2 shows a compacted granule.

Figure 3 shows a laundry detergent compact.

In accordance with Figure 1, a bed 1 of cellulose-containing material, TMP in the exemplary embodiment, is passed through a pair 2 of press rolls, in which compacting takes place with compression of the volume of the individual particles and joining thereof to form a kind of coherent, densified web 3. 4 symbolizes the comminution of the web 3 to granules 5.

A single granule 5 is shown in Figure 2. It contains a relatively large number of ultrafine TMP particles 6, whose particle size is about 50 μ m, i.e., the TMP material has a particle size distribution whose maximum is about 50 μ m. The individual ultrafine TMP particles 6 hold together by virtue of the pressing action they have experienced between the pair 2 of press rolls. At the same time the individual particles 6 have been compressed in the nip relative to their original form, i.e., they have undergone compaction.

The granules 5 in turn have a maximum particle size distribution of about 2 mm, i.e., the size of the granules 5 is about 2 orders of magnitude above the size of the ultrafine TMP particles they contain.

In accordance with Figure 2, uncompacted cellulose-containing particles 7 may also be present in the granules 5, said particles being indicated by short straight lines and possibly having a coating comprising a surfactant in order to promote the penetration of the liquid, especially the washwater.

The laundry detergent composition in turn is present as a powder / granule mixture. The individual laundry detergent particles are designated as 8 in Figure 3. The laundry detergent composition is mixed with the granules 5 of TMP, which are depicted as small circles in Figure 3, and the mixture is then pressed to form a compact 10, which in accordance with Figure 3 is shaped as a small solid rectangle having edge lengths ranging from 2 to 3 cm. However, all other forms may be considered; for example, small round disks or the like.

The pressing of the compacts 10 takes place in such a manner that they do not crumple in the course of handling and yet when introduced into the liquid they disintegrate almost instantaneously and release the detergent composition. This is brought about by virtue of the granules 5, which in contact with the washwater immediately recover their former shape, i.e., reverse the compacting, and so increase in volume. If the volume increase concerned amounts to 20 percent and the individual particles are, for example, 2 mm in size, contacting with the water produces an expansion of 0.4 mm, which is sufficient to bring about local disintegration of the bonding - induced only by virtue of the dry pressing - of the compact 10, and release of the detergent particles. The granules 5 themselves also disintegrate on contact with the washwater, so that, ultimately, the latter contains only the individual particles 6 and 7 of the cellulose-containing material, which are essentially inert chemically and which also do not cause any other disruption of the washing operation.

Patent Claims

1. Compact comprising pulverulent and / or granular ingredients, which is intended for rapid dissolution / dispersion with release of its ingredients following introduction into liquid, **characterized by** an admixed disintegrant comprising finely divided cellulose-containing material.
2. Compact according to claim 1, **characterized in** that the ingredients are a laundry detergent composition.
3. Compact according to claim 1 or 2, **characterized in** that the cellulose-containing material is compacted prior to its admixture to the ingredients.
4. Compact according to claim 3, **characterized in** that the cellulose-containing material, compacted from ultrafine starting material, is present in the compact in the form of granules.
5. Compact according to any one of the claims 2 to 4, **characterized in** that in the case of a laundry detergent composition the particle size of the starting material ranges from 20 to 200 μm , preferably from 40 μm to 60 μm .
6. Compact according to claim 4 or 5, **characterized in** that the compacted granules have a density ranging from 0.5 to 1.5 g/cm^3 .
7. Compact according to any one of the claims 3 to 6, **characterized in** that the compacted granules of the cellulose-containing material have a particle size ranging from 0.2 to 6.0 mm.
8. Compact according to Claim 7, **characterized in** that in the compacted granules of the cellulose-containing material have a particle size ranging from 0.4 to 1.5 mm.

9. Compact according to any one of the claims 3 to 8, **characterized in** that the weight fraction of the compacted cellulose-containing material in the finished compact ranges from 3 to 6 percent.
10. Compact according to any one of the claims 1 to 9, **characterized in** that it additionally includes a fraction of finely divided noncompacted cellulose-containing material.
11. Compact according to claim 10, **characterized in** that the weight fraction of the non-compacted cellulose-containing material in the finished compact ranges from 1 to 3 percent.
12. Compact according to any one of claims 1 to 11, **characterized in** that the cellulose-containing material present in the compact has a coating comprising a swelling agent and/or a thickener.
13. Compact according to any one of claims 1 to 12, **characterized in** that the cellulose-containing material present in the compact has a coating comprising a surfactant.
14. Compact according to claim 13, **characterized in** that the compact comprises the surfactant in a weight fraction ranging from 0.5 to 2.0 percent of the finished compact.
15. Compact according to any one of claims 1 to 14, **characterized in** that the compact comprises fibrillated cellulose-containing material.
16. Compact according to any one of claims 1 to 15, **characterized in** that the compact has been pressed from a mixture of the pulverulent or granular ingredients with the finely divided cellulose-containing material in dry or earth-moist form.
17. Compact according to any one of claims 1 to 16, **characterized in** that the cellulose-containing material is TMP (thermo-mechanical pulp).
18. Compact according to any one of Claims 1 to 16, **characterized in** that the cellulose-containing material is CTMP (chemo-thermo-mechanical pulp).

19. Compact according to any one of claims 1 to 18, **characterized in** that the largest dimension of the compact ranges from 1 to 10 cm, preferably from 2 to 4 cm.
20. Laundry detergent for textile laundry as a disintegrant-containing, solid shaped body, which disintegrates, however, in water.

A b s t r a c t

A compact comprising pulverulent and/ or granular ingredients contains particles, which are made of a cellulose-containing material and act as a disintegrant, in particular in the compacted form. TMP and CTMP may be considered as the cellulose-containing material (Figure 3).

1/1

FIG. 1

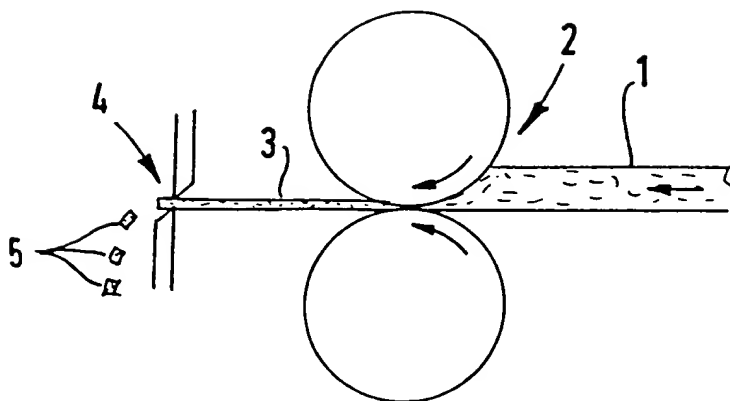


FIG. 2

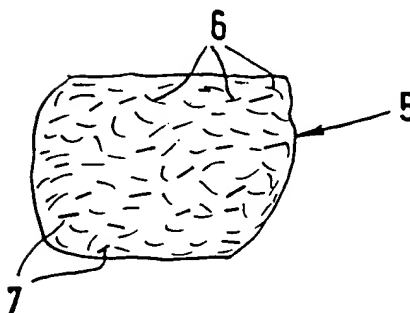
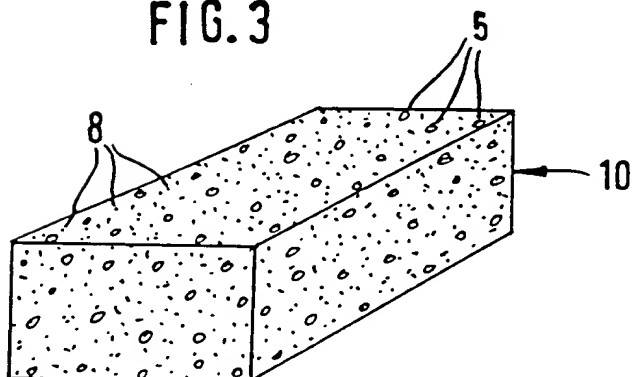


FIG. 3



**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS**

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 98 158 (8)	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5		
Internationales Aktenzeichen PCT/DE 98/ 00589	<table border="1"> <tr> <td>Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 28/02/1998</td> <td>(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 11/03/1997</td> </tr> </table>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 28/02/1998	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 11/03/1997
Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 28/02/1998	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 11/03/1997		
Anmelder HERZOG, Stefan et al.			

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.

☒ Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nichtrecherchierbar erwiesen (siehe Feld I).
2. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).
3. ☐ In der internationalen Anmeldung ist ein Protokoll einer Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz offenbart; die internationale Recherche wurde auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt,
 - ☐ das zusammen mit der internationalen Anmeldung eingereicht wurde,
 - ☐ das vom Anmelder getrennt von der internationalen Anmeldung vorgelegt wurde,
 - ☐ dem jedoch keine Erklärung beigelegt war, daß der Inhalt des Protokolls nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der eingereichten Fassung hinausgeht.
 - ☐ das von der Internationalen Recherchenbehörde in die ordnungsgemäße Form übertragen wurde.
4. Hinsichtlich der **Bezeichnung der Erfindung**
 - ☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.
 - ☐ wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt.
5. Hinsichtlich der **Zusammenfassung**
 - ☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.
 - ☐ wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der Feld III angegebenen Fassung von dieser Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Internationalen Recherchenbehörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.
6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen:

Abb. Nr. <u>3</u>	<input checked="" type="checkbox"/> wie vom Anmelder vorgeschlagen	<input type="checkbox"/> keine der Abb.
	<input type="checkbox"/> weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.	
	<input type="checkbox"/> weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.	

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 C11D17/00 C11D7/44 C11D3/382 C11D3/22

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 C11D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 23 62 595 A (HENKEL & CIE GMBH) 26.Juni 1975 siehe Seite 8 - Seite 9; Beispiel ----	1,2, 6-10,15, 19,20
X	US 3 951 821 A (DAVIDSON WILLIAM G) 20.April 1976 siehe Spalte 4, Zeile 1 - Zeile 39; Ansprüche; Beispiele 2,6-8 ----	1,8,10, 15
A	US 4 269 859 A (MORSE ERWIN E) 26.Mai 1981 siehe Spalte 2, Zeile 58 - Spalte 3, Zeile 10; Ansprüche; Beispiele 13,14 ----	1,3,4,15
A	US 2 560 097 A (C.L. EMERSON ET AL.) 10.Juli 1951 siehe Spalte 3, Zeile 47 - Spalte 5, Zeile 17; Ansprüche ----- -/--	1,2,20



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

24. Juli 1998

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

07/08/1998

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Grittern, A

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	"enzyme tablets for improving low-temperature laundering" CHEMICAL ABSTRACTS + INDEXES, XP000666852 & CZ 278 041 A (J. NOVAK ET AL.) 14.Juli 1993 -----	1,2,20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 98/00589

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 2362595	A	26-06-1975	NONE	
US 3951821	A	20-04-1976	BE 836041 A DE 2552473 A FR 2333495 A GB 1485659 A NL 7513790 A	28-05-1976 26-05-1977 01-07-1977 14-09-1977 31-05-1977
US 4269859	A	26-05-1981	NONE	
US 2560097	A	10-07-1951	NONE	

XP 000666852

Vol.: 122 (1995) January 9 No.: 2

C11D3/386M
C11D17/00H

P: 140

122:12563m Enzyme tablets for improving low-temperature laundering. Novak, Jan; Krizala, Josef; Zavodnik, Jiri; Danek, Rostislav; Mlcoch, Antonin (PRECHEZA a.s.) Czech Rep. CZ 278,041 (Cl. C11D3/386), 14 Jul 1993, Appl. 1,270, 03 May 1991; 5 pp. In washing heavily soiled laundry by enzyme-contg. detergents, the enzyme (amylase, lipase, and esp. alk. protease) concn. can be selectively increased by sep. adding a rapidly sol. enzyme tablet, without using larger amts. of the whole detergent. The tablet comprises encapsulated granulated enzyme, preferably protease 10-40, borax and/or an inorg. phosphate 5-25, a polysaccharide and/or polyvinylpyrrolidone 1-20, and customary additives 15-84%. Thus, a mixt. of alk. protease 20, borax 25, NaHCO_3 34, microcryst. cellulose 15, ultraamylpectin 5, Ca stearate 1 kg, and 30 g fragrance, was prep'd. and compressed to give a title tablet.

PCT

**NOTIFICATION OF THE RECORDING
 OF A CHANGE**

(PCT Rule 92bis.1 and
 Administrative Instructions, Section 422)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

PALGEN, Peter
 Mulvanystrasse 2
 D-40239 Düsseldorf
 ALLEMAGNE

Date of mailing (day/month/year) 26 May 1999 (26.05.99)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 98 158 (8)	
International application No. PCT/DE98/00589	International filing date (day/month/year) 28 February 1998 (28.02.98)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant ☐ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative

Name and Address

HERZOG, Stefan
 Karlstrasse 19
 D-80333 München
 Germany

State of Nationality

DE

State of Residence

DE

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☒ the person ☒ the name ☒ the address ☐ the nationality ☐ the residence

Name and Address

J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO.
 Holzmühle 1
 D-73494 Rosenberg
 Germany

State of Nationality

State of Residence

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

3. Further observations, if necessary:

ASSIGNMENT - APPLICANT FOR ALL DESIGNATED STATES EXCEPT US.

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office ☐ the designated Offices concerned
☐ the International Searching Authority ☒ the elected Offices concerned
☒ the International Preliminary Examining Authority ☐ other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Peggy Steunenberg
Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Telephone No.: (41-22) 338.83.38

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

United States Patent and Trademark
Office
(Box PCT)
Crystal Plaza 2
Washington, DC 20231
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year)

05 October 1998 (05.10.98)

International application No.

PCT/DE98/00589

Applicant's or agent's file reference

98 158 (8)

International filing date (day/month/year)

28 February 1998 (28.02.98)

Priority date (day/month/year)

11 March 1997 (11.03.97)

Applicant

RETTENMAIER, Josef, Otto

1. The designated Office is hereby notified of its election made:



in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

02 September 1998 (02.09.98)



in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer

Peggy Steunenberg

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

REC'D 28 MAY 1999

WIPO PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 98 158 (8)	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsbericht (Formblatt PCT/IPEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/DE98/00589	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 28/02/1998	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 11/03/1997
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C11D17/00		
Anmelder J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH+CO et al.		



- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationale vorläufigen Prüfung beauftragte Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.

☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

 Diese Anlagen umfassen insgesamt 15 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderische Tätigkeit und der gewerbliche Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 02/09/1998	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 26.05.99
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. (+49-89) 2399-0 Tx: 523656 epmu d Fax: (+49-89) 2399-4465	Bevollmächtigter Bediensteter Renoth, H Tel. Nr. (+49-89) 2399 8589 

I. Grundlage des Berichts

1. Dieser Bericht wurde erstellt auf der Grundlage (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten.*):

Beschreibung, Seiten:

1-6,6a,7-11 eingegangen am 03/05/1999 mit Schreiben vom 15/04/1999

Patentansprüche, Nr.:

1-15 eingegangen am 03/05/1999 mit Schreiben vom 15/04/1999

Zeichnungen, Blätter:

1/1 ursprüngliche Fassung

2. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung, Seiten:
☐ Ansprüche, Nr.:
☐ Zeichnungen, Blatt:

3. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)):

4. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	1-15
	Nein: Ansprüche	
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	1-15
	Nein: Ansprüche	
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1-15
	Nein: Ansprüche	

2. Unterlagen und Erklärungen

siehe Beiblatt

Zu Punkt V

Ausgehend vom internationalen Recherchenbericht bilden die folgenden Dokumente den nächstliegenden Stand der Technik:

D1 US-A-3951821

D2 US-A-4269859

Neuheit, Artikel 33(2) PCT

Ein Preßling, der neben Inhaltsstoffen ein cellulosehaltiges Material enthält, das kompaktiert wurde und als Granulat vorliegt wird als solches im Dokument D2 beschrieben.

Der Preßling gemäß Anspruch 1 der Anmeldung enthält als wesentliches Merkmal die Dichte des kompaktierten Granulats (0,5 bis 1,5 g/cm³). Diese Merkmal ist in D2 nicht offenbart.

Der Gegenstand des Anspruch 1 der Anmeldung ist somit als neu zu betrachten. Die Ansprüche 2 bis 15 sind spezifische Ausführungsformen des Anspruch 1 und werden daher ebenfalls als neu betrachtet.

Erfinderische Tätigkeit, Artikel 33(3) PCT

D1 kann als nächstliegender Stand der Technik betrachtet werden, da es die gleiche Aufgabenstellung offenbart, d.h. der rasche Zerfall des Preßlings bzw. der Tablette bei Kontakt mit einer Flüssigkeit soll verbessert werden.

Gemäß D1 wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß in die Tabletten "röhrenförmige Teilchen" eingearbeitet werden. Diese Teilchen können aus cellulosehaltigem Material bestehen (vgl. Anspruch 5).

Der Anstieg der Zerfallsrate bei Kontakt mit einer Flüssigkeit beruht auf dem Kapillareffekt, d.h. die Flüssigkeit wird schnell in das Innere der Tablette geleitet, wo es zu Auflösungserscheinungen kommt, die ihrerseits den Zerfall mitbeschleunigen können.

.../...

Im Gegensatz dazu wird in der Anmeldung das cellulosehaltige Material vor dem Vermischen mit anderen Inhaltsstoffen und der endgültigen Verarbeitung kompaktiert und zu Granulaten verarbeitet. Bei Kontakt mit einer Flüssigkeit geht das kompaktierte Material dann schlagartig wieder in seinen ursprünglichen, voluminöseren Zustand über. Der Anstieg der Zerfallsrate beruht hier also auf einem "Sprengeneffekt", der zur Bildung von Rissen oder zur Abspaltung von Teilchen führt.

Diese Lösung war aus D1 nicht ableitbar und für den Fachmann auch nicht naheliegend.

2. Ersatzblatt ¹

In Flüssigkeit zerfallender Waschmittelpreßling

Die Erfindung bezieht sich auf einen Waschmittelpreßling der dem Oberbegriff des Anspruchs 1 entsprechenden Art.

Die Darbietung in Form von Preßlingen dieser Art ist bei
5 Spülmitteln bereits üblich. Diese werden zur Erleichterung der Handhabung und der Dosierung in Form von sogenannten "Tabs" (von "Tabletten") angeboten, die Größe und Gestalt von Pralinen aufweisen und eine für einen Spülgang in der Spülmaschine ausreichende Menge an Spülmittel enthalten.
10 Obwohl die Spülmittel-Preßlinge durch das Pressen wie kleine Steine wirken, lösen sie sich, ohne eigentlich zu zerfallen, in strömendem warmem Wasser, von außen nach innen fortschreitend, rasch und vollständig auf, und zwar durch Lösung der Inhaltsstoffe in dem Wasser. Diese Eigen-
15 schaft der Spülmittelpreßlinge ist auf die Zusammensetzung von Spülmitteln zurückzuführen, die keine stark unterschiedlichen Bestandteile und insbesondere keine unlöslichen Bestandteile enthalten.

20 Das Problem einer einfach und sicher zu handhabenden Dosierung stellt sich nicht nur bei Spülmitteln, sondern

2. Ersatzblatt 2

auch bei anderen Stoffen, und zwar nicht nur im Haushalt, sondern auch im gewerblichen Bereich. Beispiele sind zum Beispiel Farbstoffzusammensetzungen für das Färben von Textilien, sonstige Chemikalien, aus denen Lösungen bestimmter Konzentrationen zu bereiten sind und insbesondere Waschmittel für textiles Waschgut, vorzugsweise im Haushalts- und Gewerbebereich, zum Beispiel Kleidungsstücke, Bett- und Tischwäsche, Handtücher und dergleichen. Waschmittel für diese Zwecke werden bisher nur in fließ- oder rieselfähiger Form in den Handel gebracht, also als Flüssigkeit und überwiegend als Pulver oder Granulat. Diese Form der Konfektionierung erfordert eine vom Anwender vorzunehmende Portionierung, d.h. es muß eine bestimmte Menge Flüssigkeit oder eine bestimmte Menge Pulver oder Granulat in die Waschmaschine gegeben werden. Hierbei sind erhebliche Fehler möglich, wenn der Anwender zuviel oder zuwenig Waschmittel verwendet, sei es versehentlich, sei es absichtlich. Auch sind Verschmutzungen durch bei der Dosierung des Waschmittels verschüttete Anteile häufig.

Die Technik der Darbietung in Preßlingen, die jeweils eine größere, zum Beispiel für einen Waschgang ausreichende Menge der Inhaltsstoffe enthalten, wäre auch für Waschmittel von großer Bedeutung, da sich dann die Dosierung auf ein Abzählen beschränken könnte und keine Wäge- oder Volumenmeßvorgänge notwendig wären. Die Waschmittel unterscheiden sich jedoch von den Spülmitteln dadurch, daß sie sich wesentlich schneller in der Waschflüssigkeit verteilen müssen und ihre Inhaltsstoffe nicht nach und nach abgegeben werden sollen. Auch enthalten die Waschmittel Bestandteile, die sich im Wasser nicht lösen. Die Unterschiede in der Struktur der Inhaltsstoffe haben dazu geführt, daß bisher den Spülmitteltabs vergleichbare Portionierungen bei Waschmitteln auf Schwierigkeiten gestoßen sind, weil das Gleichgewicht zwischen Abriebfestigkeit und Bruchfestigkeit der Preßlinge beim Transport und der Lage-

2. Ersatzblatt 3

rung einerseits und einer hinreichend raschen Desintegration der Preßlinge in der Waschflüssigkeit andererseits schwer zu finden und einzuhalten ist.

5 Bisherige Versuche, praktikable Waschmittel-Preßlinge zustande zu bringen, sind in der EP 466 484 A2, der US-PS 5 382 377 und der Derwent-Ref.: 93-340 000/43 beschrieben. Bei diesem dem Oberbegriff zugrundeliegenden Stand der Technik wird versucht, einen ausreichend raschen Zerfall
10 der Preßlinge in der Waschflüssigkeit durch ein beigemishtes und mitverpreßtes Sprengmittel zustande zu bringen, als welches in den drei Beispielen Cellulose dient. Die Art der Cellulose wird nur in der US-PS 5 382 377 mehr im einzelnen beschrieben: dort soll es nämlich mikrokri-
15 stalline Cellulose sein, die ja als Tablettsensprengmittel auch aus dem pharmazeutischen Bereich bekannt ist.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß die Zugabe von pulveriger oder kleinteiliger Cellulose als Sprengmittel zu Wasch-
20 mittelpreßlingen nur eine unzureichende Wirkung hat und nicht sicherstellen kann, daß die Preßlinge in der Waschflüssigkeit hinreichend schnell zerfallen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen gattungsgemäßen Waschmittelpreßling so ausgestalten, daß er nach dem Einbringen in die Flüssigkeit rasch desintegriert und die Waschmittelzusammensetzung freisetzt, so daß sie in der Flüssigkeit verteilbar ist.

30 Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

Der Waschmittelpreßling wird so ausgelegt, daß ein Preßling oder eine Anzahl von Preßlingen die für einen Ansatz
35 benötigte Menge an Waschmittelzusammensetzung enthält. Die Portionierung geschieht durch Zugabe eines oder mehrerer

2. Ersatzblatt 4

dieser Preßlinge, also auf einfache Weise durch Abzählen, aber nicht mehr durch Zumessen einer bestimmten Menge eines flüssigen oder rieselfähigen Mittels. Der Waschmittelpreßling muß so beschaffen sein, daß er die Handhabung beim Transport, bei der Lagerung und bei der Zumessung ohne Absplitterungen und ohne wesentlichen Abrieb übersteht, aber andererseits im Wasser sich mit hinreichender Schnelligkeit auflöst. Hierfür ist das Sprengmittel in Gestalt des kompaktierten und granulierten kleinteiligen cellulosehaltigen Materials vorgesehen, welches wie bei einer medizinischen Tablette dafür sorgt, daß beim Kontakt mit der Flüssigkeit, insbesondere dem Wasser, durch eine Volumenzunahme der kleinteiligen Partikel innerhalb der Mischung der Inhaltsstoffe und des Sprengmittels in dem Waschmittelpreßling Risse auftreten, durch die das Wasser rasch in das Innere des Waschmittelpreßlings eindringt und dessen Zerfall herbeiführt.

Der besonderen Ausbildung des in dem Waschmittelpreßling enthaltenen Sprengmittels kommt also eine besondere Bedeutung zu.

Ein sehr wichtiger Aspekt der Erfindung besteht insoweit darin, daß das kleinteilige cellulosehaltige Material, vor der Beimischung zu dem pulverförmigen Waschmittel, kompaktiert ist.

Der Ausdruck "Kompaktieren" soll hierbei die Ausübung eines Drucks auf das cellulosehaltige Material bedeuten, der das Volumen des cellulosehaltigen Materials zusammendrückt, ohne daß die Fasern zerstört werden. Die Partikel sollen also bei der Kompaktierung deformiert worden sein, im Gegensatz zur Aggregation, bei der lediglich eine Anlagerung der Partikel ohne wesentliche Änderung ihrer Gestalt gegeben ist. Die Kompaktierung in diesem Sinne soll vor der Beimischung des so erzeugten Sprengmittels zu

2. Ersatzblatt 5

den Inhaltsstoffen vorgenommen werden. Wenn dann der Waschmittelpreßling in Kontakt mit Wasser oder der sonstigen Flüssigkeit kommt, springt das cellulosehaltige Material aus seinem kompaktierten Zustand wieder in einen Zustand mit offenem, entspanntem Volumen auf. Ob dieser Vorgang auf kapillaren oder anderen Kräften beruht, kann dahinstehen. Jedenfalls ist die Volumenvergrößerung wesentlich stärker als diejenige, die bei einer reinen Quellung des cellulosehaltigen Materials entsteht.

Ebenso wichtig ist die Bereitstellung des cellulosehaltigen Materials als Granulat.

Es werden also aus dem feinstteiligen, zum Beispiel gemahlenen, Ausgangsmaterial bei oder nach der Kompaktierung Granulatpartikel hergestellt, die größere Aggregate aus einer Vielzahl von Ausgangsteilchen bilden. Diese größeren Aggregate, also die Granulatpartikel, werden den Inhaltsstoffen beigemischt, und es wird die Mischung zu den Waschmittelpreßlingen verpreßt.

Der Sinn dieser Maßnahmen besteht darin, daß das einzelne feinste Ausgangsteilchen des cellulosehaltigen Materials in Kontakt mit der Flüssigkeit zwar die gleiche relative Volumenvergrößerung erfährt wie ein größeres Aggregat, daß aber die absolute Volumenvergrößerung eines feinsten Ausgangsteilchens zu gering ist, um in dem Material des Waschmittelpreßlings eine für die Rißbildung ausreichende lokale Ausdehnung zustande zu bringen. In die Granulatpartikel addieren sich die Einzelbeträge zu einer makroskopischen lokalen Dehnung mit ausreichender Sprengwirkung.

Bei den Waschmitteln lassen sich damit gebrauchsfertige Preßlinge herstellen, die in den in Betracht kommenden Zeiträumen im Wasser zerfallen.

2. Ersatzblatt 6

Eine wichtige Bemessung ist die Dichte des kompaktierten
cellulosehaltigen Materials, weil sie ein Maß für die
geeignete Zusammenpressung des Materials darstellt, bei
der der richtige Kompromiß zwischen für die Handhabbarkeit
5 ausreichender Festigkeit des Waschmittelpreßlings und
ausreichender Zerfallsbereitwilligkeit vorliegt.

Um bei Waschmitteln, wenn diese zu einem Preßling ausrei-
chender Festigkeit notwendige Pressung erfahren haben, die
10 erforderliche rasche Auflösung zu erreichen, bedarf es
nicht nur eines Sprengmittels besonderer Wirksamkeit,
sondern auch eines solchen, welches sich chemisch beim
Waschvorgang und auch anschließend nach der Wäsche auf dem
Waschgut möglichst wenig bemerkbar macht. Beides wird
15 durch die Verwendung des cellulosehaltigen Materials ins-
besondere in kompaktierter Form als Sprengmittel gewähr-
leistet. Das cellulosehaltige Material ist in Waschlösun-
gen praktisch inert und tritt auf dem Waschgut praktisch
nicht in Erscheinung.

20 Die Flüssigkeit ist in den meisten Fällen Wasser, doch ist
die Erfindung darauf nicht beschränkt. Sie kann vielmehr
auch bei anderen Flüssigkeiten, zum Beispiel Alkohol oder
dergleichen Verwendung finden.

25 Die erfindungsgemäß als Sprengmittel einzusetzenden "cel-
lulosehaltigen Materialien" sollen solche sein, in denen
die Cellulose zumindest überwiegend chemisch unverändert
noch vorhanden ist.

30 Auf einem anderen Sachgebiet, nämlich dem der Galenik, ist
der Gedanke, eine als Sprengmittel für pharmazeutische
Tabeletten eingesetzte Cellulose durch Kompaktieren und
anschließendes Granulieren in größeren Aggregaten zuzuset-
35 zen, durch die US-A-4 269 859 für sich genommen bekannt.

zum 2. **Ersatzblatt** 6 6a

5 Aus der US-A 3 951 821 läßt sich entnehmen, daß zur Förderung des raschen Zerfalls einer Tablette bei Kontakt mit einer Flüssigkeit in die Tabletten röhrenförmige Teilchen aus cellulosehaltigem Material eingearbeitet werden. Der Anstieg der Zerfallsrate bei Kontakt mit einer Flüssigkeit beruht auf dem Kapillareffekt, d.h. die Flüssigkeit wird schnell in das Innere der Tablette geleitet, wodurch der Zerfall derselben eingeleitet wird.

10

2. Ersatzblatt 7

Eine Teilchengröße des Ausgangsmaterials, welches nach dem Kompaktieren in größeren Granulatpartikeln vorliegt, von 40 - 60 μm hat sich für Waschmittel als zweckmäßig erwiesen (Anspruch 2). Feinteilige cellulosehaltige Ausgangsmaterialien dieser Kornfeinheit lassen sich mit noch tragbarem Zerkleinerungsaufwand herstellen und treten auf dem Waschgut praktisch nicht in Erscheinung.

Gemäß Anspruch 3 können die kompaktierten Partikel des cellulosehaltigen Materials, also das Granulat, eine Partikelgröße von 0,2 bis 6,0 mm aufweisen, insbesondere von 0,3 bis 1,5 mm (Anspruch 4), wobei die zweckmäßigste Partikelgröße auch von der Größe des Waschmittelpreßlings und indirekt auch von der Art der Inhaltsstoffe des Waschmittelpreßlings abhängt, insofern zum Beispiel verschiedene Waschmittel verschiedene Zusammensetzungen mit verschiedenen Preß- und Sprengeigenschaften aufweisen.

Gemäß Anspruch 5 kann der Gewichtsanteil des kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Waschmittelpreßling 3 bis 6 Prozent betragen.

Es kann sich auch empfehlen, daß der Waschmittelpreßling zusätzlich einen Anteil an kleinteiligem nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Material umfaßt (Anspruch 6).

Dieser Anteil wirkt zwar nicht als Sprengmittel, kann aber in der gepreßten Masse eine Art Dochtwirkung entfalten und für das schnellere Vordringen des Wassers in das Innere des Waschmittelpreßlings nützlich sein.

Der Gewichtsanteil des nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Waschmittelpreßling kann 1 bis 3 Prozent betragen (Anspruch 7).

2. Ersatzblatt 8

Das in dem Waschmittelpreßling enthaltene kompaktierte cellulosehaltige Material kann eine Beschichtung mit einem Quell- bzw. Verdickungsmittel aufweisen (Anspruch 8).

5 Derartige Mittel sind für sich genommen als Tabletten-
sprengmittel im Pharmabereich bekannt (siehe "Römpp-Chemie-Lexikon" 9. Auflage (1995), Seite 4440, Stichwort "Tablettensprengmittel").

10 Weiterhin kann sich empfehlen, daß das in dem Waschmittelpreßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Tensid aufweist (Anspruch 9), welches einen Gewichtsanteil von 0,5 bis 5,0 Prozent des fertigen
15 Waschmittelpreßlings ausmachen kann (Anspruch 10) und zusätzlich zu dem im pulverförmigen Waschmittel schon enthaltenen Tensid in dem Waschmittelpreßling vorhanden ist. Das Tensid soll die Verteilung der Flüssigkeit entlang der Oberfläche der Partikel des cellulosehaltigen Materials fördern.

20 Die Dispergiereigenschaften des cellulosehaltigen Materials können gesteigert werden, wenn dieses zumindest teilweise fibrilliert ist, d.h. bis auf Bündel aus jeweils wenigen parallelliegenden Cellulosefasern zerkleinert ist
25 (Anspruch 11).

Zur Erzielung einer ausreichenden Dispergierbarkeit, d.h. eines alsbaldigen Zerfalls des Waschmittelpreßlings nach dem Einbringen in die Flüssigkeit, empfiehlt es sich, ihn
30 aus einer Mischung der pulverförmigen oder granulatartigen Inhaltsstoffe mit dem kleinteiligen cellulosehaltigen Material trocken bzw. erdfeucht zu pressen (Anspruch 12).

35 Die Waschmittelpreßlinge sollen also nur durch die erfolgreiche Pressung zusammenhalten, nicht aber über flüssige, anschließend erhärtende Anteile, die den Zerfall des

2. Ersatzblatt 9

Waschmittelpreßlings in der Flüssigkeit bzw. dem Wasser verzögern würden.

5 Bei den Entwicklungsarbeiten haben sich besonders zwei Arten von cellulosehaltigem Material ausgezeichnet, nämlich TMP (= Thermo Mechanical Pulp) (Anspruch 13) und CTMP (= Chemo Thermo Mechanical Pulp) (Anspruch 14).

10 Es sind dies zwei Arten von sogenanntem Holzstoff. Bei dem TMP-Verfahren werden Holzschnitzel unter Dampfdruck bei ca. 130°C in Druckrefinern zu TMP zerfasert. Bei der Verwendung von Chemikalien in der Holzschnitzelvordampfung ergibt sich CTMP (siehe "Römp- Chemie-Lexikon" 9. Auflage (1995), Seite 3207, Stichwort "Papier").

15 Bei den Holzstoffen TMP und CTMP hat zwar eine gewisse Auslaugung des Materials stattgefunden, doch sind die Lignine, Harze und sonstigen Holzbegleitstoffe nicht vollständig entfernt, insbesondere nicht so vollständig wie
20 bei der Celluloseherstellung. Es handelt sich also bei diesen Holzstoffen um cellulosehaltige Materialien, die noch einen Rest des Holzcharakters behalten haben.

25 Die vorgenannten beiden Materialien haben sich als Sprengmittel für die in Rede stehenden Preßlinge als besonders wirksam erwiesen, insbesondere in kompaktiertem Zustand. Weder reine Holzprodukte wie Holzmehl oder Holzfasern noch reine Cellulose sind in ihrem Sprengverhalten vergleichbar. Bei den "mittelbehandelten" Produkten TMP und CTMP
30 liegt ein deutliches Wirkungsmaximum vor.

Die in Betracht kommenden Abmessungen des Waschmittelpreßlings sind durch eine größte Abmessung von etwa 1 bis 10 cm, vorzugsweise 2 bis 4 cm gekennzeichnet (Anspruch 15).

35

2. Ersatzblatt 10

In der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der Erfindung schematisch dargestellt.

Fig. 1 zeigt eine mögliche Art der Kompaktierung von cellulosehaltigem Material;

5

Fig. 2 zeigt eine kompaktierte Granulatpartikel;

Fig. 3 zeigt einen Waschmittelpreßling.

10 Gemäß Fig. 1 wird eine Schüttung 1 aus cellulosehaltigem Material, in dem Ausführungsbeispiel TMP einem Preßwalzenpaar 2 zugeleitet, in welche eine Kompaktierung unter Zusammendrückung des Volumens der einzelnen Partikel und unter Verbindung derselben zu einer Art zusammenhängender, verdichteter Bahn 3 erfolgt. 4 symbolisiert das Zerkleinern der Bahn 3 zu einem Granulat 5.

Ein einzelnes Granulatkorn 5 ist in Fig. 2 dargestellt. Es enthält eine größere Anzahl von feinstteiligen TMP Partikeln 6, deren Partikelgröße etwa 50 μm beträgt, d.h. das TMP Material hat eine Korngrößenverteilung, deren Maximum bei etwa 50 μm liegt. Die einzelnen feinstteiligen TMP-Partikel 6 halten durch die in dem Preßwalzenpaar 2 erfahrene Pressung zusammen. Gleichzeitig sind die einzelnen Partikel 6 in dem Preßspalt gegenüber ihrer Ursprungsge-
20 stalt zusammengedrückt worden, d.h. sie haben eine Kompaktierung erfahren.

Die Granulatpartikel 5 haben ihrerseits eine Korngrößenverteilung mit einem Maximum bei etwa 2 mm, d.h. die Größe der Granulatpartikel 5 liegt um etwa 2 Größenordnungen über der Größe der in ihr enthaltenen feinstteiligen TMP Partikel.

35 Gemäß Fig. 2 können in der Granulatpartikel 5 auch noch nicht kompaktierte cellulosehaltige Partikel 7 enthalten

2. Ersatzblatt 11

sein, die durch kurze grade Striche angedeutet sind und die eine Beschichtung mit einem Tensid aufweisen können, um das Eindringen der Flüssigkeit, insbesondere des Waschwassers zu fördern.

5

Die Waschmittelzusammensetzung liegt ihrerseits als Pulver/Granulat-Gemisch vor. Die einzelnen Waschmittelpartikel sind in Fig. 3 mit 8 bezeichnet. Die Waschmittelzusammensetzung wird mit den Granulatpartikeln 5 aus TMP, die
10 in Fig. 3 als kleine Kreise dargestellt sind, vermischt und sodann zu einem Waschmittelpreßling 10 verpreßt, der gemäß Fig. 3 als kleiner Quader mit Kantenlängen von 2 bis 3 cm ausgebildet ist. Es kommen aber auch alle anderen Formen in Betracht, zum Beispiel kleine Kreisscheiben oder
15 dergleichen.

Die Pressung der Waschmittelpreßlinge 10 erfolgt so, daß sie bei der Handhabung nicht zerbröckeln, daß sie aber beim Einbringen in die Flüssigkeit praktisch augenblicklich zerfallen und die Waschmittelzusammensetzung freigeben. Dies wird durch die Granulatpartikel 5 bewirkt, die im Kontakt mit dem Waschwasser sofort ihre frühere Gestalt zurückgewinnen, d.h. die Kompaktierung rückgängig machen, und dadurch an Volumen zunehmen. Wenn es sich um eine 20-
20 prozentige Volumenzunahme handelt und die einzelne Partikel beispielsweise 2 mm groß ist, entsteht bei der Kontaktierung mit dem Wasser eine Dehnung von 0,4 mm, die ausreicht, um den nur durch die trockene Pressung herbeigeführten Verbund des Waschmittelpreßlings 10 lokal zu
25 sprengen und die Waschmittelpartikel freizusetzen. Auch die Granulatpartikel 5 selbst zerfallen im Kontakt mit dem Waschwasser, so daß darin schließlich nur noch die einzelnen Partikel 6 und 7 des cellulosehaltigen Materials vorhanden sind, die chemisch im wesentlichen inert sind und
30 auch sonst keine Störung des Waschvorgangs erzeugen.
35

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Waschmittelpreßling mit einer pulver- und/granulatförmigen Waschmittelzusammensetzung und einem eingemischtem Sprengmittel aus kleinteiligem cellulosehaltigen Material, der nach dem Einbringen in Flüssigkeit zur alsbaldigen Auflösung/Dispergierung unter Freigabe der Waschmittelzusammensetzung bestimmt ist, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material vor dem Beimischen zu der Waschmittelzusammensetzung kompaktiert ist und in dem Preßling als kompaktiertes Granulat einer Dichte von 0,5 bis 1,5 g/cm³ vorliegt.
2. Waschmittelpreßling nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Waschmittelzusammensetzung die Teilchengröße des cellulosehaltigen Ausgangsmaterials 20 bis 200 µm, vorzugsweise 40 µm bis 60 µm beträgt.
3. Waschmittelpreßling nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat des cellulosehaltigen Materials eine Partikelgröße von 0,2 bis 6,0 mm aufweist.

2. Ersatzblatt 13

4. Waschmittelpreßling nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat des cellulosehaltigen Materials eine Partikelgröße von 0,4 bis 1,5 mm aufweist.
5. 5. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 3 bis 6 Prozent beträgt.
- 10 6. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß er zusätzlich einen Anteil an kleinteiligem nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Material umfaßt.
- 15 7. Waschmittelpreßling nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 1 bis 3 Prozent beträgt.
- 20 8. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Quell- bzw. Verdickungsmittel aufweist.
- 25 9. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Tensid aufweist.
- 30 10. Waschmittelpreßling nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling das Tensid in einem Gewichtsanteil von 0,5 bis 2,0 Prozent des fertigen Preßlings enthält.

35

2. **Ersatzblatt** 14

11. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling fibrilliertes cellulosehaltiges Material enthält.
- 5 12. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling aus einer Mischung der pulverförmigen oder granulatartigen Inhaltsstoffe mit dem kleinteiligen, cellulosehaltigen Material trocken bzw. erdfeucht gepreßt ist.
- 10 13. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material TMP (Thermo Mechanical Pulp) ist.
- 15 14. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material CTMP (Chemo Thermo Mechanical Pulp) ist.
- 20 15. Waschmittelpreßling nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die größte Abmessung des Preßlings 1 bis 10 cm, vorzugsweise 2 bis 4 cm beträgt.

5000
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

DNI

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

2

91 380739

Applicant's or agent's file reference 98 158 (8)	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/DE98/00589	International filing date (day/month/year) 28 February 1998 (28.02.1998)	Priority date (day/month/year) 11 March 1997 (11.03.1997)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C11D 17/00		
Applicant J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO.		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>5</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of <u>15</u> sheets.</p>	
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>	

Date of submission of the demand 02 September 1998 (02.09.1998)	Date of completion of this report 26 May 1999 (26.05.1999)
Name and mailing address of the IPEA/EP European Patent Office D-80298 Munich, Germany Facsimile No. 49-89-2399-4465	Authorized officer Telephone No. 49-89-2399-0

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/DE98/00589

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of *(Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.)*:

- ☐ the international application as originally filed.
- ☒ the description, pages _____, as originally filed,
pages _____, filed with the demand,
pages 1-6, 6a, 7-11, filed with the letter of 15 April 1999 (15.04.1999),
pages _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the claims, Nos. _____, as originally filed,
Nos. _____, as amended under Article 19,
Nos. _____, filed with the demand,
Nos. 1-15, filed with the letter of 15 April 1999 (15.04.1999),
Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the drawings, sheets/fig 1/1, as originally filed,
sheets/fig _____, filed with the demand,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/DE 98/00589

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1 - 15	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1 - 15	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1 - 15	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

On the basis of the international search report, the following documents constitute the closest prior art:

D1 ... US-A-3 951 821

D2 ... US-A-4 269 859

Novelty, PCT Article 33(2)

A pressed piece which, in addition to ingredients, contains a cellulose-containing material that has been compacted and is present in granular form is described as such in document D2.

An essential feature of the pressed piece according to Claim 1 of the application is the density of the compacted granular material (0.5 to 1.5 g/cm²). This feature is not disclosed in D2.

The subject matter of Claim 1 of the application is therefore considered to be novel. Claims 2 to 15 are particular embodiments of Claim 1 and therefore they, too, are considered to be novel.

Inventive step, PCT Article 33(3)

D1 can be regarded as the closest prior art, because it discloses the same statement of problem, that is,

.../...

(Continuation of V.2)

improvement of the rapid decomposition of the pressed piece or tablets on contact with a liquid.

According to D1, this problem is solved in that "tubular particles" are incorporated in the tablets. These particles may consist of cellulose-containing material (cf. Claim 5).

The increase in decomposition rate on contact with a liquid is due to the capillary effect, i.e., the liquid is conveyed rapidly into the inside of the tablet, where dissolution phenomena which can help to speed up dissolution occur.

In the application, on the other hand, the cellulose-containing material is compacted and processed to form granules before being mixed with other ingredients and final processing. On contact with a liquid, the compacted material then reverts abruptly to its original, bulkier state. The increase in decomposition rate in this case is therefore due to an "explosive effect", which results in the formation of cracks or the cleavage of particles.

This solution was not derivable from D1, nor was it obvious to a person skilled in the art.